First Hit

Previous Doc

Next Doc

Go to Doc#

End of Result Set

Generate Collection

Print

L1: Entry 1 of 1

File: DWPI

Dec 3, 1977

DERWENT-ACC-NO: 1978-05647A

DERWENT-WEEK: 197803

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Powder rubber prodn. - involves mixing rubber latexes with carbon black slurry, adding salt coagulating agent and adding further carbon black and latexes

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

MITSUBISHI CHEM IND LTD

MITU

PRIORITY-DATA: 1976JP-0061809 (May 28, 1976)

Search Selected

Search ALL

Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES MAIN-IPC

JP 52145486 A December 3, 1977

000

JP 82015601 B March 31, 1982

000

INT-CL (IPC): B29H 1/00; B29H 19/00; C08C 1/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 52145486A

BASIC-ABSTRACT:

Powder rubbers are produced by (a) mixing 100 pts. wt. rubber latexes (e.g. butadiene, butadiene-styrene) with 30-200 pts C black, aq. slurry (slurry concn. 4-15, (6-10)%), opt. oils (e.g. aroma oil, naphthene oil, paraffin oil); (b) adding salt coagulating agents (e.g. CeCl2 CaSO4, Ca(NO3)2, MgCO2) to the mixt. to form coaqulated fine (<5mm) mixt. contg. rubbers and carbon black (referred to as) (crumb); (c) adding rubber latexes and C black aq. slurry to the crumb in mixing rates of 100 pts wt. of rubber component to 100-800 pts. wt. of C black such that the amt. of carbon black added exceeds that of carbon black added in the first step, and (d) treating the mixt. obtd. in the third step in the presence of salt coagulating agents. Treated crumb is sepd. from the coagulation mother liquid and dried.

The powder rubbers thus obtd., when compressed at the time of storage and transport, are free from blocking.

TITLE-TERMS: POWDER RUBBER PRODUCE MIX RUBBER LATEX CARBON BLACK SLURRY ADD SALT COAGULATE AGENT ADD CARBON BLACK LATEX

DERWENT-CLASS: A12

CPI-CODES: A07-B01; A08-R03; A08-S; A11-A03; A11-A04; A12-S09;

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0009 0037 0060 0206 0211 0221 0229 2310 2312 2331 2335 2380 2504 2541 2656 1093 1100 0306 1095 0028 0376

Multipunch Codes: 011 03- 032 06- 075 117 122 123 15- 18- 307 317 318 323 342 392 393 397 402 403 42- 436 546 597 688 011 03- 032 034 055 056 06- 075 117 122 15- 18- 27& 307 317 318 323 342 392 393 397 402 403 42- 436 546 597 011 03- 032 034 06- 072 074 075 076 117 122 15- 18- 27& 307 317 318 323 342 392 393 397 402 403 42- 436 546 597

Previous Doc Next Doc Go to Doc#

19日本国特許庁

公開特許公報

①特許出願公開

昭52-145486

⑤Int. Cl².
B 29 H 19/00

識別記号

❸日本分類 25(7) D 0 庁内整理番号 7179-37 砂公開 昭和52年(1977)12月3日

発明の数 1 ・審査請求 未請求

(全 8 頁)

匈粉末ゴムの製造方法

20特

願 昭51-61809

②出

願 昭51(1976)5月28日

⑩発 明 者 山脇武

平塚市真田557番地の13

口

内田孝憲

相模原市横山一丁目4番14号

⑩発 明 者 中島誠

東京都大田区本羽田三丁目15番

16号

⑪出 願 人 三菱化成工業株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目 5

番2号

似代 理 人 弁理士 長谷川一

外1名

明 細 書

/ 発明の名称 粉末ゴムの製造方法

2 特許請求の範囲

(1) ゴムラテックスおよびカーボンブラック水スラリーを、ゴム成分 / 0 0 重量部あたりカーボンブラック 3 0 ~ 2 0 0 重量部の割合で混合する第 / 工程、

第 / 工程で得られた混合物に塩聚固剤を加 えてゴムおよびカーボンブラックを含有する 微細混合物(以下、とれを「クラム」という。) を聚固させる第 2 工程、

第2工程で得られたクラムに、ゴムラテックスかよびカーボンブラック水スラリーを、ゴム成分 / 0 0 重量部あたりカーボンブラック / 0 0~8 0 0 重量部であつて、かつ前記第 / 工程での混合割合よりもカーボンブラックを多い割合で添加混合する第 3 工程、

第 3 工程で得られた混合物を塩栗固剤の存在下に処理する第 4 工程、

および

第 4 工程で得られた処理クラムを崇固母液より分離し乾燥する第 5 工程、

を含むことを特徴とする粉末ゴムの製造方法。

(2) 第 / 工程において、オイルを混合すること を特徴とする特許請求の範囲第 / 項記載の方

発明の詳細な説明

本発明は粉末ゴムの製造方法に関するものである。詳しくは、ゴムラテックスおよびカーボンプラックを「CB」と略記することがある。)の塩による模固物を、塩の存在下、ゴムラテ配のスないのといるである。とにより、粉末ゴムの粘着性を防止する方法に関するものである。

ゴムラテックス、オイルエマルジョンおよび CB水スラリー混合物を展固させ、脱水・乾燥 してプロック状のゴムを得、これをブレスして ベール状に成形し、ポリエチレンフイルムなど で包装して製品化する方法は工業的に既に実施

「保護期352年145436ペン

されている。そして、かかる方法では、脱水時 および乾燥時にゴムが粘着し、プロツク化を起 し、さらに貯蔵・運搬時などにもプロック化す るために、ペール状としてポリエチレンフイル ムなどで包装する方式がとられているのである。 そして、かかるペール状ゴムをタイヤ製造工 場などのゴム加工工場で使用するに当つては、 ゴムの自動計量化などの目的でとのペールを細 断しなければならない。したがつて、この種の ゴムが粉末ゴムの形態で供給されるようになれ は、ゴム加工工場における細断の手間がはぶけ て、自動計量が容易となるばかりでなく、粉末 ゴムに硫黄、老化防止剤、加硫促進剤その他の ゴム用配合剤をドライプレンドして押出機に直 結させることができ、ゴム製品製造工程を大幅 に短縮することが可能となるから、原科ゴムの 粉末化は工業的に大きな意義がある。

従来、ゴムの粉末化方法としては、ゴムの粘 着を防止するために粘着防止剤の添加等の処理 を行なりことが考えられ、これまでに樹脂質ビ ニル芳香族重合体粉末処理による SBR の非要集性粒状化、滑石による表面被覆、金属塩あるいは金属酸化物との混合による粘着防止、粉末ポリエチレン、ポリブロピレン等によるドライ・コーデイングによる粘着防止などの例がある。しかしこれら粉末化技術は、粉末処理に際して粉塵が生じるとか、あるいは付着量が比較的多量に必要となり、ゴム物性に悪影響を与える等の種々の問題がある。

また、未反応ゴムラテックスを含有するクラムスラリーにCB水スラリーを加えて処理することにより、クラムの粘着防止をはかる方法が知られている。(USP 3.767.605) しかしながらこの方法においては、未反応ゴムラテックスの残存量を正確に制御することが困難である。

本発明者らは、ゴムラテックスと C B 水スラリーとの混合物、および必要に応じこれにさら に適当なオイルを添加したものから粉末ゴムを

有利に製造する方法について種々研究を行なつた。その結果、ゴムおよび C Bを含有する混合物の製造において、凝固時に形成されたクラムの形状をそのまま維持しながら、該クラムより。の表面に凝固させて被獲することを見出した。

すなわち本発明は、

ゴムラテックスおよびカーボンブラック水スラリーを、ゴム成分 / 0 0 重量部あたりカーボンプラック 3 0 ~ 2 0 0 重量部の割合で混合する第 / 工程、

第/工程で得られた混合物に塩凝固剤を加え てゴムおよびカーボンブラックを含有する微細 混合物(以下、これを「クラム」という。)を 級固させる第2工程、

第 3 工程で得られたクラムに、ゴムラテックスおよびカーボンブラック水スラリーを、ゴム成分 1 0 0 電量部あたりカーボンブラック 100~800電量部であつて、かつ前記第 1 工程で

の混合割合よりもカーボンブラックを多い割合 で添加混合する第 3 工程、

第3工程で得られた混合物を塩凝固剤の存在 下に処理する第4工程、および

第 4 工程で得られた処理クラムを凝固母液より分離し乾燥する第 5 工程、

を含むことを特徴とする粉末ゴム製造法である。 次に本発明を静細に説明する。

特品編52—145436(3)

たはクロロブレンゴムのラテックスが好ましい。 場合によつては、天然ゴムラテックス、軽減重 合によつて得られたゴム溶液あるいは回収され た間形ゴムを原料として、これをカルボン酸塩 石けん等の乳化剤によつて水中に再び、あるい は新たに乳化させたものも、本発明のゴムラテ ックスとして使用することができる。

CB水スラリーとしては、種々のCBを水水スラリーとしたものが使用できる。CBを水水スラリー化する方法としては、コロイドミル、ラザ巻ポンプ等によりCBを水中にできるだけ均一に数型子としては4~/5%、好ましくは6~/0%が選択される。

ゴムラテックス かよび C B 水スラリーの混合 割合は、ゴムラテックス中のゴム分に対して C B J O ~ 1 O O PHR であり、好ましくは J O ~ / O O PHR である。ゴムラテックスかよび C B 水スラリーの混合は、疑固槽内において行なえ ば充分であるが、あらかじめ予備混合した後、

られたる混合物にはなか、塩のでは、カー酸をして、塩ののでは、塩酸のでは、カーので

なか、本発明にいう塩聚固剤は多価金属塩で あつて、ゴムラテックスのクリーミング剤とし て使用されることのある / 価金属塩とは区別さ れるものである。

また、塩硬固剤と共化ポリエチレン、ポリア ミン、ポリイミン、ポリアクリルアミド等の水 疑問槽内へ導入する方法は、ゴムラテックスの クリーミングとして有効である。なお、塩化ナトリウム、塩化カリウムなどの!価金属塩を添加することも、ゴムラテックスのクリーミングとして凝固操作を安定化する意味で有効である。

本発明の第2工程においては、第/工程で得

容性高分子化合物を凝固助剤として適宜併用することができる。しかし、上記のような疑問助剤のみを使用したときには、粉末ゴムのプロック化を起すばかりでなく、CBは完全には疑固せず、疑固母液中に遊離のCBが残り、母液が無色不透明化し、廃液の処理に余分の手間と費用がかかる。

上述のようにして塩酸固剤を添加すると、ゴムと C B、 および場合により添加されているオイルはそれらの混合物の微細粒子、すなわちクラムとして疑固してくる。 このクラム粒子の大きさは粒径 s mu以下、好ましくは約 / ■以下のものである。そして本発明の製法により得られる粉末ゴムは、この程度の粒径を有するものでもス

本発明の第3工程においては、第2工程で得られたクラムに、ゴムラテックスおよびCB水スラリーを、CB/00~800PHRであつて、かつ前記第/工程での混合割合よりもCBを多い割合で添加混合する。

特需昭52--- 14548 6 (5)

C B 高配合混合物によつて被覆されたクラムは、炉過、水洗、さらに炉過するなどの常套手段で後処理する。 戸過に際しては、フルイ、金網、回転板状フィルター、ヌッチェ、遠心分離機等の公知の戸過装置を採用できる。

その後、乾燥させれば、製品の粉末ゴムとなる。この粉末ゴムは、その乾燥時にブロック化を起こすかそれがないので乾燥はロータリードライヤー、流動層乾燥機、振動乾燥機、気流乾燥機、 伝導加熱型乾燥機、 パンド乾燥機、 噴霧 乾燥機等の公知の乾燥装置を採用できる。

なお、本発明の第1および第2工程並びに第 3かよび第4工程は同時に行なれることが発生した。 また第1~第3工程を発したとれることが好ましたがあり、またが好ましたがありに本発明は第1~を されるものではない。さらに本発明は第2~な よ工程を合むことを特徴とするものでする。 はない。たとえば、第1→第1→第1 第1→第4→第1 4 工程を追加的に付加するととにより、さらに 良好な粉末ゴムを製造することもできる。

つぎに、実施例および参考例をあげて説明することにする。これらの例における部および % は特に付記しない限り、重量部および重量 % で

ある。また、とれらの例における乾燥後の粉末 ゴムのブロック化の試験はつぎの方法によつた。

内径35mのシリンダー内に15分の粉末ゴムを加え、0.25ね/cdの荷重を加え、5分間放散した後、荷重およびシリンダーを除き、得られた粉末ゴム成形体の上に種々の重さの重をもつで、ブロック化の程度を評価した。すなので、ガロック化で形がくずれた場合をあってがある。5分の同じ場合を2(以下同様)とした。

実施例 /

SBR ラテックス(電量比でスチレン/ブタジェン=23/11、ゴム分22.5%)/69 Pに、8% CB(商品名ダイアプラック SH、三菱化成工業株式会社製)水スラリー3/39、 Aとびアロマオイル」59をトール油石けんで乳化したオイルエマルジョン369を、攪拌機付きの28容量の槽内に加え、3分間攪拌後、5

%塩化カルシウム水溶液 5 mlを霰加し、クラムを生成させた。(C B 4 6 PHR 含有)

上記クラムを含有する凝固混合物スラリー液に、SBRラテックス(上記と同一)・チャよびCB水スラリー(上記と同一) / 00 チのゴムーCB混合物を添加し、/ 5 分間攪拌して、CB + 00 PHR のCB 高配合混合物を上記クラム表面に凝固させた。

かくして得られた処理クラムを沪過、水洗したのち乾燥器で80℃、J時間乾燥して粉末ゴムを得た。乾燥中、処理クラムがブロック化することはなかつた。得られた粉末ゴムのブロック化性評価は3であり、優れた粉末ゴムであった。生成粉末ゴムの組成は、CB8J PHR、オイル6J PHR である。

実施例 2

実施例 / において、第二次要固時に、 SBR ラテックス 9 子および C B 水スラリー / 0 0 子の 混合物 (C B × 0 0 PHR) を添加する代りに、まず SBR ラテックス 4.5 子および C B 水スラリ

每隔隔52-145486.6)

ーギの子のゴムーCB混合物を添加し、CBJ2OPHRのCB高配合混合物をクラム表面に展固させた。ついて、さらにSBRラテックス4.5 子とCB水スラリー60分のゴムーCB混合物を添加し、CB4よ0PHRのCB高配合混合物を該クラム表面に展固させた。すなわちクラムは、CB高配合混合物で2層被覆されたと

それ以外は実施例/と同様にして粉末ゴムを 製造した。粉末ゴムのブロック化性評価は 0 で あつた。これは、この粉末ゴムが少なくとも s mの高さで貯蔵されたときでもブロック化しな いことを示するのである。

実施例 3

とになる。

実施例/において、第二次要固時に、 SBR ラテックス 9 をおよび C B 水スラリー / 0 0 9の混合物 (C B 4 0 0 PHR) を添加する代りに、SBR ラテックス 4.5 をおよび C B 水スラリー / 6.3 そのゴムー C B 混合物を 3 度添加し、 C B / 3 0 PHR の C B 高配合混合物を 2 ラム表面

第 / 表

集	施例系	4	5	6	
クラムの件	ラテックス	PBR	NR	N BR	
	J L (8)	38	38	36	
	СВ (%)	20	20 *3	20 *4	
	C B (PHR)	53	53 53		
	オイル (タ)	20	4	o	
	オイル (PHR)	53	10.5	0	
被優の	J 4 (8)	2.0	2.0	4.0	
	ゴム (%)*1	5.3	5.3	11.1	
	св (%)	10	8	16	
理条件	C B (PHR)	. 500	400	400	
- "	C B (%)*2	33	29	44	
	組成				
粉	C B (PHR)	75	70	90	
末ゴム	オイル (PHR)	50	10	o	
	プロック化性評価	4	2	,	

- *1 ゴム(別とは、クラムの製造に使用されたゴム(別に対する 被覆ゴム(別の割合である。
- *2 C B(粉とは、全C B(外に対する被覆層中のC B(外の割合である。
- *3 CBとして、ダイヤブラック I グレードを使用した。
- *4 CBとして、ダイヤブラック G グレードを使用した。

に要固させ、該クラムを 2 層被覆した。

それ以外は実施例 / と同様にして粉末ゴムを 製造した。粉末ゴムのブロック化性評価は 5 で あつた。

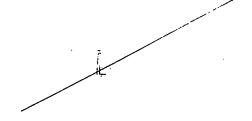
実施例4~6

PBR ラテックス (ポリブタジエンゴムラテックス、ゴム分 2 3 %)、

NR ラテックス (天然ゴムラテックス、ム ーニー粘度 ML₁₊₄ = 9 /、ゴム分 3 2 %)、3 NBR ラテックス (ニトリル・ブネジェッゴ

NBR ラテックス (ニトリル・ブタジェンゴムラテックス、アクリロニトリル/ブタジエンニ 3 1 / 6 8 、ゴム分 2 2.5 %)

を使用し、その他の条件は実施例 / とほぼ同様 にして粉末ゴムを製造した。結果を第 / 表にま とめて示した。



実施例 2

実施例・において、要固混合物スラリー液にCB高配合混合物を直接に添加した後、再び提供をで連過、水洗した後、再び提供をで連過、水洗したので、SBR 学校付きよみ容量の槽内に入れ、ラリーノののチンクスタチおよびCB水スラリーノののようのゴムーCB混合物を添加し、さら間境律して、カルシウム水溶がよ配を加合混合物を該クラム表面に要固させた。

それ以外は、実施例 / と同様にして粉末ゴムを製造した。処理クラムは乾燥中にもブロック化することはなく、またブロック化性評価は 2 であつた。

実施例8~14

クラム中のCBおよびオイルの含量、被覆層のCB含量、被覆ゴムの使用量などを変化させた以外は、実施例1と同様にして粉末ゴムを製造した。なお、実施例10は実施例2と同様に被覆処理を2回行なつたものである。結果を第

2 表にすとめて示した。

第 2 表

夹胞例AG		8	9	10	11	/2	13	14
クラムの製造条件	ラテツクス	SBR	SBR	SBR	SBR	SBR	SBR	SBR
	3 7 (8) 2 4 €	38	38	38	40	36	32	28
	CP(%)	29	2/	21	3/	17	17	9
	C B (PHR)	76	5.5	55	17	47	33	32
	オ1ル(8)	25	25	25	25	25	25	25
	オイル (PHR)	66	66	66	66	69	78	89
被優処理条件	ゴム (を)	. 2	2	1+1	0.4	4	8	/2
	ゴム(%)	5.3	5.3	5.3	1.0	11.1	.25.3	4.3
	ав (4)	4	/2	6 + 6	2,#	16	16	24
	ና ቶ (PHR)	200	600	600	600	400	200	200
	CB(%)	12	36	36	7	48	48	73
粉末ゴム	組成							
	C B(PHR)	83	83	83	83	83	83	83
	オイル(PHR)	63	63	63	63	63	63	63
	プロツク化 性評価	4	. 2	0	4	3	5	5

かくして得られた処理クラムを沪過、水洗したのち乾燥器で80℃、3時間乾燥して粉末ゴムを得た。クラム分離後のセラム水には遊離のCRは認められなかつた。乾燥中、処理クラムがブロック化することはなかつた。得られた粉末ゴムであつた。生成粉末ゴムの組成は、CB83PHR、オイル63PHRである。

比較例/

実施例 / で得られたクラムをC B 高配合混合物で被愛処理せずに、スラリー液より分離し、 同様の乾燥処理を行なうと、乾燥中すでに軽くプロック化し、ブロック化性評価は / 0 であつた。

比較例 2

実施例/で得られたクラムスラリーに、 SBR ラテックスを加えることなく CB 水スラリー 109(全CB 量に対して 6%)のみを加えて、 CBをクラム要面に被援することを試みたが、 クラム要面には充分被覆されず、添加した CB

実施例/よ

SBR ラテックス(重量比でスチレン/ブタジェン= 2 3 / 1 1 2 、 ゴム分 2 2.5 %) / 6 9 9 に、8 % C B 水スラリー(C B; 商品名ダイアブラック SH、三菱化成工業株式会社製) 3 / 3 9、 およびアロマオイル 2 5 9 をトール油石けんで乳化したオイルエマルジョン 3 6 9 を、億律機付きの 2 8 容量の槽内に加え、3 分間億律後、5 % 硫酸アルミニウム水溶液 / 2 配を添加し、クラムスラリーを生成させた。(C B 6 6 PHR、オイル 6 6 PHR 含有)

上記クラムを含有する酸性(pH=4)の凝固混合物スラリー液に、よ光水酸化ナトリウム水溶液をよ配添加し、pH 7 とした。さらに上記と同一のSBRラテックスタチ、およびCB水スラリー/00分からなる混合物を添加し、よ分間慢拌した。次いでこのスラリー液によ光硫酸アルミニウム水溶液4 配加えて、CB400PHRのCB高配合混合物を上記クラム表面に凝固させた。

に対して / ~ 2 % が 遊離 C B として セラム 水中 に 残留 した。 また、 / の の メッシュ以下の 敬細 クラム (C B 含有量 40~60%)が 2~4% 発生した。

上述のように、クラムを分離したあとのセラム水の取扱いに難点があつた。また、被役処理したクラムをとり出し、実施例/と同様に乾燥したが、プロック化性評価はりであり、この点においても劣るものであつた。

比較例 3

実施例/において、第二次展固時に添加するCB高配合混合物を、SBRラテックスタタおよびCB水スラリー/00gのゴムーCB混合物(CB400PHR)の代りに、SBRラテッスタタとCB水スラリー225gのゴムーCB混合物を使用し、クラムの表面に900PHRのCB高配合混合物を展固させよりとした。

それ以外は実施例 / と同様にして粉末ゴムを 製造した。生成した粉末ゴムのブロック 化性評価は J であり、粉末ゴムとしてすぐれているも のの、 C B 高配合混合物のクラム装面への凝固時に添加した C B の一部がゴムと一体化することなく、 遊離の C B として暴固セラム中に残留し、 C B を除く為の廃液処理が必要であつた。

特許出顧人 三愛化成工業株式会社 代 理 人 弁理士 長谷川 ー ほか/名